

# 新

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-270342

(43) 公開日 平成7年(1995)10月20日

(51) Int.Cl.<sup>6</sup>

G 0 1 N 22/00

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所

B  
G  
U

審査請求 未請求 請求項の数 6 O L (全 8 頁)

(21) 出願番号 特願平7-20841

(22) 出願日 平成7年(1995)2月8日

(31) 優先権主張番号 特願平6-14676

(32) 優先日 平6(1994)2月8日

(33) 優先権主張国 日本 (J P)

(71) 出願人 000122298

新王子製紙株式会社

東京都中央区銀座4丁目7番5号

(72) 発明者 永田 紳一

兵庫県尼崎市常光寺4丁目3番1号 新王子製紙株式会社神崎工場内

(72) 発明者 木村 晃

兵庫県尼崎市常光寺4丁目3番1号 新王子製紙株式会社神崎工場内

(72) 発明者 栗飯原 広征

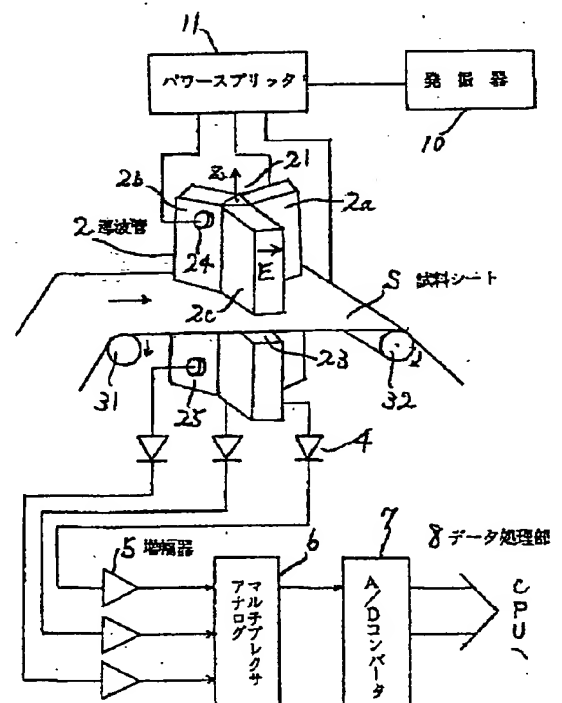
兵庫県尼崎市常光寺4丁目3番1号 新王子製紙株式会社神崎工場内

(54) 【発明の名称】 分子配向測定方法及び装置

(57) 【要約】

【目的】 オンライン測定が可能な分子配向測定方法及び装置を提供する。

【構成】 互いに電磁界の振動方向が異なり、且つ互いに平行な、複数のマイクロ波ビームを試料に照射し、それぞれの透過光強度を検出して、これらの検出出力から配向パターンを演算導出する。装置としては、互いに軸を平行にして複数の導波管を電磁界振動方向を異ならせて近接配置し、各導波管には各々の軸を横断して同一面内に試料配置用スリットを設け、各々のマイクロ波透過度を測定する。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】互いに電磁界の振動方向が異なり且つ互いに平行な、複数のマイクロ波ビームを試料に照射し、各透過マイクロ波の強度を検出して、これらの検出出力から配向パターンを演算導出することを特徴とする分子配向測定方法。

【請求項2】互いに軸が平行で且つ電磁界振動方向が異なるように、複数の方形導波管を近接配置し、各導波管の軸を横断する一平面上に試料を置いて、各導波管の一端からマイクロ波を導入しそれぞれの他端から試料を透過したマイクロ波の電磁界強度を検出し、これらの検出出力から配向パターンを求めるように構成したことを特徴とする分子配向測定装置。

【請求項3】前記各導波管の軸を横断して一平面上にスリットを形成し、各スリットにまたがって試料を配置するように構成したことを特徴とする請求項2記載の分子配向測定装置。

【請求項4】前記複数の導波管が、それらの横断面が放射状になるように配置されていることを特徴とする請求項2または3記載の分子配向測定装置。

【請求項5】前記複数の導波管が試料走行方向にほぼ一直線上に所定の間隔で配置され、走行試料の測定の際、隣接導波管の軸間距離を試料が移動する毎に、試料走行方向の前段の導波管から後段の導波管に検出出力を順次サンプリングするように構成したことを特徴とする請求項2または3記載の分子配向測定装置。

【請求項6】各導波管のマイクロ波導入部、検出部の内側にそれぞれアイリス部が設けられていることを特徴とする請求項2、3、4または5記載の分子配向測定装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は、分子配向測定方法及び装置に関し、とくに走行シートにおけるオンライン測定に好適な方法・装置を提供するものである。

## 【0002】

【従来の技術】例えば紙の繊維配向性は、カール、ネジレ、NIP用紙の斜傾などと密接に関係があり、従来から研究されてきている。特にここ数年は繊維配向における基準も厳しくなっている。測定方法としては水拡散法、力学的破断強度法、超音波法、マイクロ波法等が用いられてきているが、いずれもオフラインでの測定であるため、リールでのサンプリング後、不良と判明しても時間的遅れは如何ともし難いというのが実体である。

【0003】また現在ではワイヤーパートでの操作と配向性との対応もほぼ解明されて来つつあるが、これもオフラインでの測定では時間的ずれが生じ、過渡応答などリアルタイムでの影響は測定し難い。以上は主として紙の場合の繊維配向性について述べたが、繊維の配向方向は繊維を構成する分子の連鎖方向に相当するものであ

る。一方高分子フィルムの場合には、フィルムを構成するものは繊維ではないが、分子鎖の配列の異方性が種々の物性、例えば、光学的、電磁的、機械的強度等の異方性として把握できる。従って、紙、高分子フィルム等を含めて、分子鎖の配列の異方性（分子配向）として異方性を総括的に把握することができる。

【0004】分子配向を求めるには、例えば屈折率の異方性に基づく複屈折現象を用いて光学的に異方性を測定する方式の配向計があるが、測定には可視光または近赤外光に対して透明性を有することが必要であり、これらに不透明な材料は測定対象とはなり得ない。一方、マイクロ波の吸収を用いた配向計は、誘電率の異方性を利用したものであり、誘電率は屈折率とも一定の関係がある。この装置は、紙、高分子フィルムを含めて、光学的透明性の有無に関係なく、分子配向測定には利用されているが、従来装置では、例えば図9のように、所定の電界振動方向の導波管2に測定試料Sをセットして試料を軸のまわりに回転し回転各度ごとの透過マイクロ波強度を検出し、配向パターンを得るものであり、また測定位置に試料をセットしたときの共振周波数と、試料をセットしていないときの共振周波数のずれから、各回転角度位置ごとの誘電率を得て誘電率パターンを得ることができるが、いずれにしてもオンライン測定が可能な分子配向計は、未だ実現されていない。

## 【0005】

【発明が解決しようとする課題】本発明は、オンラインでの測定が可能な分子配向測定方法及び装置を提供しようとするものである。

## 【0006】

【課題を解決するための手段】本発明は、互いに電磁界の振動方向が異なり且つ互いに平行な、複数のマイクロ波ビームを試料に照射し、それぞれの透過マイクロ波強度を検出して、これらの検出出力から配向パターンを演算導出することを特徴とする分子配向測定方法である。本発明はまた、互いに軸が平行で且つ電磁界の振動方向が異なる複数の導波管を近接配置し、各導波管の軸を横断する一平面上にスリットを形成し、各スリットにまたがって試料を配置し、各導波管の一端からマイクロ波を導入しそれぞれの他端から試料を透過したマイクロ波の電界強度を検出し、これらの検出出力から配向パターンを求めるように構成したことを特徴とする分子配向測定装置であり、さらに、前記複数の導波管が、それらの横断面が放射状になるように配置されていること、前記複数の導波管が試料走行方向にほぼ一直線上に所定の間隔で配置され、走行試料の測定の際、隣接導波管の軸間距離を試料が移動する毎に、試料走行方向の前段の導波管から後段の導波管に検出出力を順次サンプリングするように構成したこと等の構成を有している。

## 【0007】

【作用】分子配向計の共振器系において、透過マイクロ

波強度と周波数には、図8に示すような関係がある。この共振カーブをQカーブと呼び、このカーブはサンプルが、導波管と導波管との間にサンプルを挿入することによって、以下の関係により、共振カーブが変化する。 \*

\* (図9)

【0008】

【数1】

$$\frac{\omega - \omega_a}{\omega_a} \cong \frac{1}{4\overline{W}} \int_V \left[ \left( \mathbf{P} + \frac{\mathbf{J}}{j\omega_a} \right) \cdot \mathbf{E}_a^* + \mu_0 \mathbf{M} \cdot \mathbf{H}_a^* \right] dv$$

$$\overline{W} = \frac{1}{2} \int_V \epsilon_0 |\mathbf{E}_a|^2 dv$$

$$\omega = 2\pi f$$

$\omega$  : 複素角周波数 (サンプル)

$\omega_a$  : 複素角周波数 (ブランク)

$\mathbf{P}$  : 電気分極

$\mathbf{J}$  : 導電電流密度

$\mathbf{E}_a$  : 電界

$\mathbf{M}$  : 磁界

$\mathbf{H}_a$  : 磁化

\* : 複素数であることを示す

【0009】 サンプルの平面内に異方性がある場合、導波管の軸に垂直に横断して設けたスリットに挿入したサンプルを導波管の軸に垂直な面内で回転させると(図11)、例えば図10のように、サンプルの回転角度位置ごとに共振カーブのピーク周波数(共振周波数)が変化する。この回転の中で最も高周波側にシフトした共振カーブにおいて、ピーク周波数での透過マイクロ波強度をIとすると、高周波側での検出出力値がI/2となる周波数をf1とする。f1での各角度の透過マイクロ波強度を極座標系にプロットした図を図12に示す。

【0010】 この配向パターンを得ることはできるが、オンライン分子配向計を開発する上で、試料と導波管とを相対的に回転させる必要があ。しかし、試料を回転させることオンライン測定には適せず、導波管を回転させることも種々の問題があり現実には困難である。本発明は、これを解決するために、導波管を近接する位置で、互いに異なる方向に向けて設置し(図4)、各点での基準となる導波管を決め、その導波管でのF1で各導波管の透過マイクロ波強度を測定し(図5)、そのデータを極座標系にプロットし(図6)、近似式に当てはめて、コンピュータによりシミュレーションを行うことにより、配向角度及び配向度を得るようにしたものである。図7は、この極座標パターンの近似式を示している。

【0011】 測定原理としては、誘電率の異方性に起因する透過マイクロ波強度の角度パターンを求め、これか

ら分子配向を測定する方法を採用する。オンラインへの対応は、例えば3点測定から360度パターンを近似させる方法を採用する。なお 具体的構成は別紙のように、マイクロ波を通過させ、かつ偏波させる導波管3対をスター配置にして固定する。ギャップを設け、そこを紙が走行する構造とする。透過マイクロ波の電界強度は検波ダイオードで電圧に変換され、A/D変換後コンピュータに取り込まれる。コンピュータでは、ニュートンラプソン法により、配向パターンが算出され、配向角度と、配向度(Y/T比)が出力される。

【0012】 なお測定点の数は、配向方向が既知の場合には、2点測定でも配向パターン及び配向度を決定できるが、一般的には3点以上あれば配向パターン、従って配向方向と配向度を求めることができ、測定点の数をさらに多くすれば(例えば5~6点程度)、近似計算の精度をさらに向上することができる。

【0013】

【実施例】 図1は、本発明の分子配向測定装置の概略構成図であり、(S)は測定試料シート、(10)はマイクロ波発振器、(11)は発振器(10)からのマイクロ波を所要の数に等分割するパワースプリッタである。

(2)は測定部であり、それぞれ共振器を構成する複数の導波管で構成され、同一規格の複数個の方形導波管

(2a), (2b), (2c)・・・が、互いに軸を平行にしてかつ軸方向の端面を揃えて、近接配置されている。図の場合Z方向(上下方向)を軸方向として、放射

状に3個配置されているが、個数はさらに多くても良く、また三角形または多角形の辺上に配置する場合、ほぼ一直線上に配置する場合、ランダムに配置する場合等種々な位置可能である。

【0014】いずれにしても、各導波管の軸方向は図ではZ軸方向で互いに平行であるが、電界方向Eは導波管ごとに互いに異なっている。即ち図の例では、導波管(2a), (2b), (2c)の電界方向は、それぞれE1, E2, E3であり、例えば120°ずつずれている。付随して磁界方向Hも導波管毎に互いに異なる。なおこれらのずれの角度が均等であることは必ずしも必要ではない。

【0015】各導波管の軸方向の中央部には、軸に垂直な共通平面内に、即ち図では同じ高さ位置に同一形状、寸法のスリット(23)がそれぞれ設けられ、上半分(21)と下半分(22)に区分されている。スリット(23)の幅(Z方向間隔)は本来は導波管の長さに対しては、例えば導波管の長さが200~300mm程度の場合、その1/15ないし1/30前後、絶対値で10~15mm前後とすることが望ましい。

【0016】これらのスリットの位置は、測定動作時に導波管内部に管軸方向に形成されるマイクロ波定在波の電界の腹の位置に設けられ、必ずしも同じ位置でなくてもよいが、図のように導波管の管軸に垂直な共通平面内に設ければ、被測定シートを走行状態で通すことができる。各導波管の一端には、マイクロ波パワースプリッタ(11)からのマイクロ波導入部(24)が設けられ、また他端にはマイクロ波強度検知部(25)が設けられ、それぞれ内部に配置したアンテナ(図示せず)を介してマイクロ波エネルギーを導入し、かつマイクロ波強度(通常は電界強度)を検知する。

【0017】さらに各導波管のマイクロ波投入部、検知部の内側(管軸中央部側)には中心部に絞り孔を有するアイリス板(図示せず)が管軸に垂直に設けられる。各導波管内に導入されたマイクロ波は、管内部で軸方向に定在波を形成し、スリット(23)の位置はその腹部に該当し、アイリス板の位置はその節部に該当するように、導波管各部の寸法とマイクロ波周波数との関係が定められる。各導波管に導入されたマイクロ波は、アイリスを通過しスリット(23)に配置した試料を透過し、他端のアイリスを通過して、検知部(25)においてマイクロ波電界強度に応じた出力が取り出され、各マイクロ波検波ダイオード(4)により、検波出力が得られる。

【0018】上記のアイリス板はを設けることにより、共振器全体としてのQ値が向上し、測定精度、感度が向上するが、またの孔の大きさは全部同一でもよいが、種々の大きさのものを用意しておき、1個の導波管単位では、駆動側、検出部側で同じ大きさのものをを用い、導波

管相互には選択使用して測定試料がセットされていない時の検出力(ブランク出力)が、導波管相互に等しくなるように、調整の目的にも利用することが出来る。この目的のため、アイリス板設置部分は、たとえば、導波管にフランジ構造を形成して、両側からアイリス板を挟みネジどめして固定化する構成とし、アイリス板を簡単に交換できる構成とすることが望ましい。

【0019】各導波管のマイクロ波検波出力は、各増幅器(5)により、適当なレベルまでそれぞれ増幅された後、アナログマルチプレクサ(6)により、A/D変換器(7)に順次切り替え入力され、A/D変換されたデジタル出力がデータ処理部(8)に導入される。図2は、本発明装置における導波管配置例の平面図であり、a図は図1に示される放射状配置であり、b図ではシート走行方向に概ね1直線上にば一定の間隔をおいて配置されている。いずれも好ましい実施態様である。a図の場合には、3角形または多角形の各辺上に辺に平行に導波管を配置する場合に比較して、かなり測定点を小さくすることができる。またb図の場合には、一直線上に配置した各導波管の中心間距離Lずつ、隣接導波管のマイクロ波強度検出出力のサンプリングのタイミングをずらせることにより、各導波管について試料上の同一の領域の測定データを得ることができ、測定点を1個の導波管の場合と同じ程度に小さくできる。なおb図の場合、試料シートが図の矢印の方向に速度Vで走行しているとすると、先頭の導波管(2d)における検出信号を最初にサンプリングし(この時刻を $T=0$ とする)、次に距離Lに対するシート走行時間後( $T=t=L/V$ )、導波管(2e)での検出信号をサンプリングし、さらにt時間後( $T=2t$ )に導波管(2f)での検出出力をサンプリングする。

【0020】図3は、データ処理部(8)の概略システム構成図であり、(80)はCPU、(81)は制御部、(82)はデータ記憶用メモリ、(83)はCRT、液晶板等の表示装置、(84)はプリンタ、(85)はキーボードその他の入力装置である。制御部(81)において、(811)は制御プログラム格納部であり、装置全体の動作を制御するプログラムの他、マイクロ波電力の供給のプログラムその他も含む。

【0021】(812)は試料駆動プログラム格納部、(813)はサンプリングプログラムであり、(812)は主としてオフラインの試料シートを1次元または2次元に駆動して走査測定を行う場合に使用する。走査及び測定データのサンプリングは、シートを連続走行させて所定時間ごとに検出信号をサンプリングしてもよいし、またシートを所定距離ずつ間欠送りして、停止時に検出信号のサンプリングを行うようにしてもよい。

【0022】プロセスラインにおける走行試料シートのオンライン測定の場合には、本装置における試料駆動は必ずしも必要ではないが、シートが測定部(2)のスリ

ット(23)の所定位置を安定して走行するように、補助的に使用してもよい。(813)は、検出データのサンプリングプログラムの格納部であり、測定点ごとの検出データサンプリングのタイミング及び、各導波管の測定チャンネルごとのデータのサンプリング(検出力をマルチプレクサ(6)により順次選択的にA/D変換器(7)に導入する動作)を制御する。

【0023】(814)は、データ処理プログラム格納部であり、このプログラムは、サンプリングされデータ処理部に導入された測定データの記憶、演算処理その他の処理を制御し、試料透過マイクロ波の検出データからの分子配向パターンの形成、配向方向、配向度の演算導出を行う。このプログラムにさらに、マイクロ波透過度データから試料の誘電率の算出、これに基づく誘電率パターン、誘電率に基づく配向方向の導出のプログラムを含めておくことが好ましい。

【0024】(815)は出力プログラム格納部であり、配向度、配向方向、配向パターン誘電率、誘電率パターン、配向度、これらの1次元または2次元分布などを随時選択して表示装置(83)またはプリンタ(84)に出力したり、これらのうちの幾つかを試料の走行と並行して連続的に表示させる等の動作を制御する。データ記憶メモリ(82)は、データ処理部に導入された測定データ(透過マイクロ波強度検出データとこれに対応する測定マイクロ波周波数、試料番号、試料上の測定点の位置等のデータ等)を1次格納するための入力バッファメモリ領域(821)、これらのデータから配向方向、配向度、配向パターン、誘電率その他を算出した処理データを格納する処理データ領域(822)、データ処理のための基礎データの格納領域(823)、表示または印字するデータを随時格納更新する出力バッファメモリ領域(823)等を有している。

【0025】なお(4~7)は試料透過マイクロ波の検出データの導入部、(33)は試料の送りに関連して試料上の計測位置を表わすデジタル信号を発生するエンコーダであり、プロセスラインでのオンライン測定の場合には、プロセス側で発生するシート走行信号を用いることができ、またオフラインでの長尺試料を本発明装置自体で駆動する場合には、試料送り機構にエンコーダを設けておけばよい。また前者の場合にも、このエンコーダを利用することもできる。

【0026】(12)は周波数カウンタであり、例えば発振器(10)に設けられる。以上のエンコーダ(33)による試料の測定位置信号及び周波数カウンタ(12)による測定周波数信号は、A/D変換器(7)による測定値データと対応してデータ処理部(8)に導入される。

【0027】

【発明の効果】本発明により、次の効果が得られる。

1) プロセスライン等における走行シートの分子配向を

オンラインで測定することができる。

2) 従って、紙、高分子フィルム等の製造工程における分子配向性のオンライン制御に利用でき、品質管理に適用することが可能である。

3) 導波管の放射状配置、あるいはシート走行方向での一直線配置と検出力サンプリングのタイミング調整により、シート上の測定点の大きさをより小さくすることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の分子配向測定装置の概略構成図である。

【図2】本発明装置における導波管の平面的配置例図である。

【図3】図1の装置のデータ処理部の概略システム構成例図である。

【図4】本発明の構成概略図である。

【図5】本発明の動作説明用図である。

【図6】本発明の動作説明用図である。

【図7】本発明の動作説明用図である。

【図8】本発明の動作説明用図である。

【図9】本発明の動作説明用図である。

【図10】本発明の動作説明用図である。

【図11】従来装置の構成概略図である。

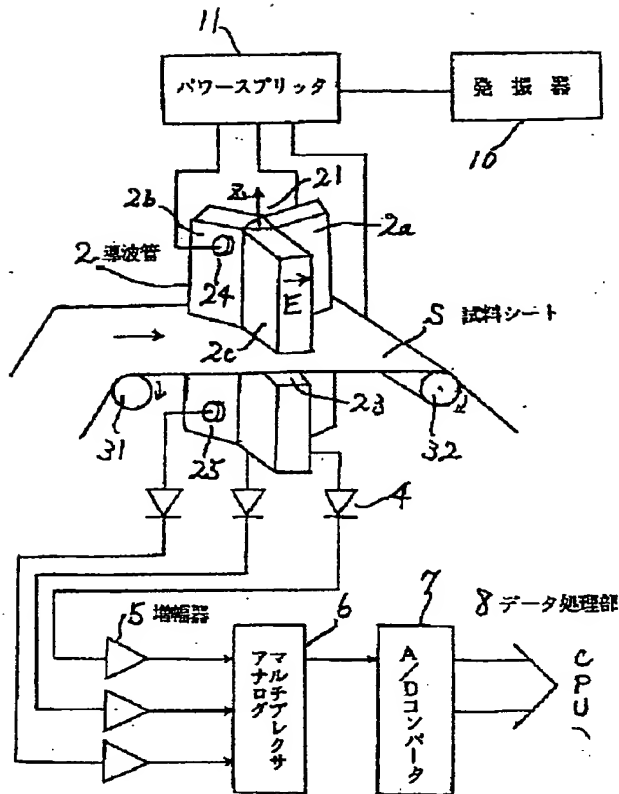
【図12】従来装置の動作説明用図である。

【符号の説明】

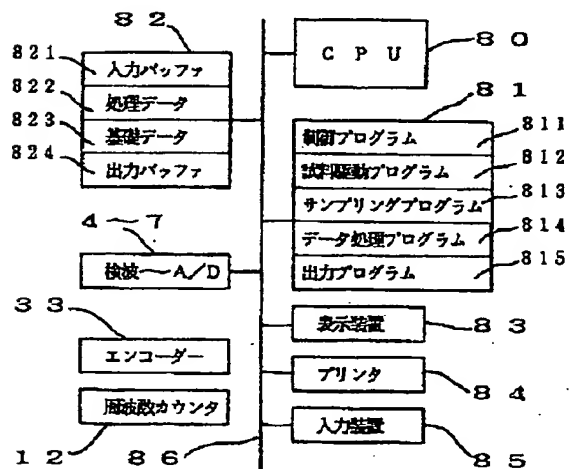
- |    |                   |
|----|-------------------|
| 10 | マイクロ波発振器          |
| 11 | マイクロ波パワースプリッタ     |
| 12 | 周波数カウンタ           |
| 2  | 導波管               |
| 21 | 導波管上半分            |
| 22 | 導波管下半分            |
| 23 | スリット              |
| 24 | マイクロ波導入部          |
| 25 | マイクロ波強度検出信号取り出し端子 |
| 3  | 試料駆動機構            |
| 31 | ローラ               |
| 32 | ローラ               |
| 33 | エンコーダ             |
| 4  | マイクロ波検波ダイオード      |
| 5  | 増幅器               |
| 6  | アナログマルチプレクサ       |
| 7  | A/Dコンバータ          |
| 8  | データ処理部            |
| 80 | CPU               |
| 81 | 制御部               |
| 82 | データメモリ            |
| 83 | 表示装置              |
| 84 | プリンタ              |
| 85 | 入力装置              |
| 86 | データバスライン          |

S 試料シート  
E 電界方向

【図1】

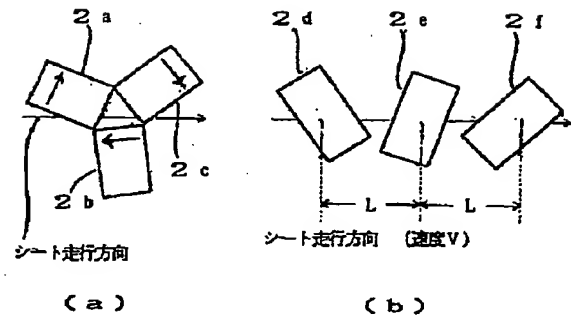


【図3】

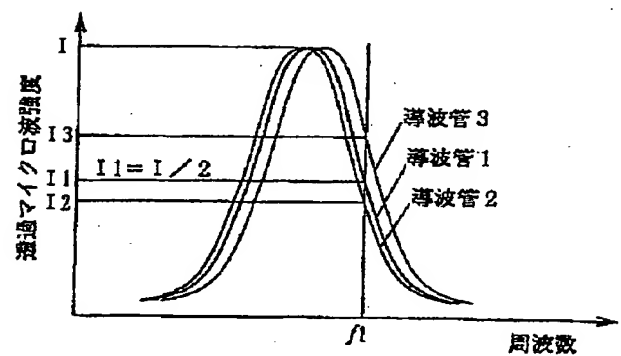


H 磁界方向  
Z 導波管軸方向

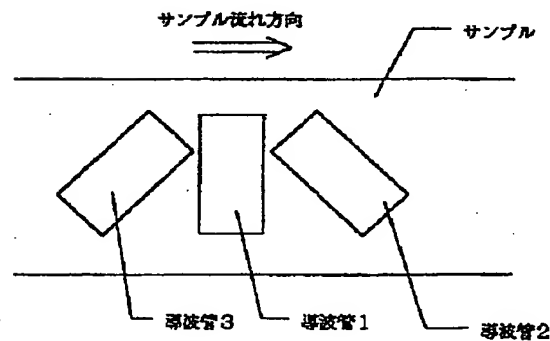
【図2】



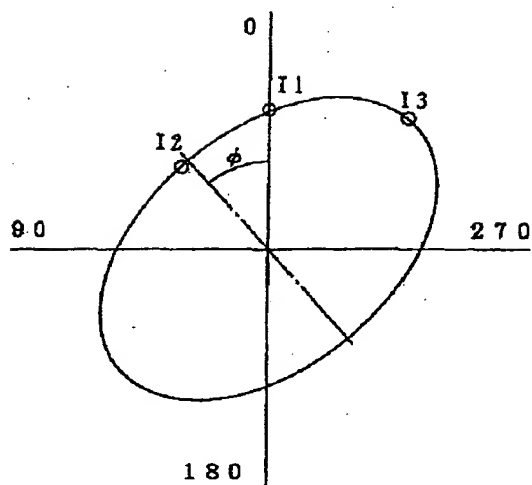
【図5】



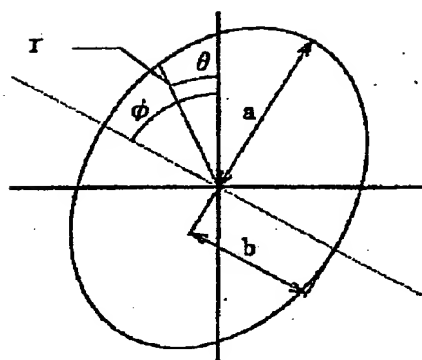
【図4】



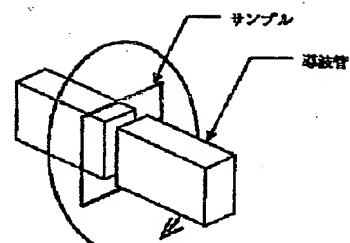
【図6】



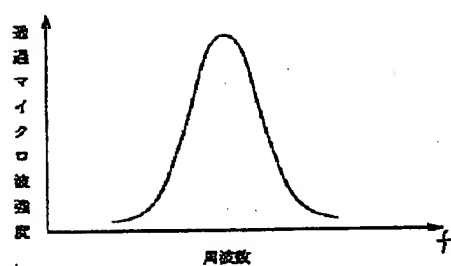
【図7】



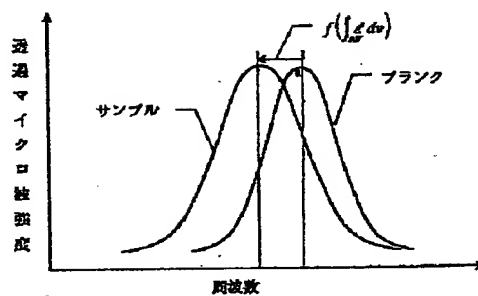
【図11】



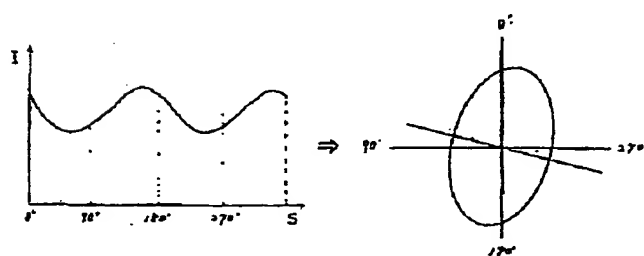
【図8】



【図9】



【図12】



【図10】

